

**DYE-BASED POLARIZING FILM**

W 1614-02

**Patent number:** JP2001033627  
**Publication date:** 2001-02-09  
**Inventor:** OISO SHOJI; ISHII KUMIKO; KAJIWARA YOSHITAKA  
**Applicant:** NIPPON KAYAKU CO LTD  
**Classification:**  
- international: G02B5/30; C09B31/22; C09B45/28  
- european:  
**Application number:** JP19990211148 19990726  
**Priority number(s):**

[Report a data error here](#)**Abstract of JP2001033627**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a polarizing plate excellent in polarizing performance and durability and little in color leakage in the visible light region.

**SOLUTION:** This polyvinyl alcohol-based polarizing film contains a water-soluble dye represented by the formula or a copper complex salt dye thereof, as a free acid. In the formula, R1, R2, R3, R4 are each H, methyl group, ethyl group, methoxy group, ethoxy group or acetylamino group (except for the case that all of R1, R2, R3, R4 are methyl groups or methoxy groups and the case that R1, R3 are methyl groups and R2, R4 are methoxy groups; while R5 is an amino group or hydroxy group).

---

Data supplied from the esp@cenet database - Patent Abstracts of Japan

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-33627

(P 2 0 0 1 - 3 3 6 2 7 A)

(43) 公開日 平成13年2月9日 (2001. 2. 9)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マ-ト (参考)
G02B 5/30		G02B 5/30	2H049
C09B 31/22		C09B 31/22	
45/28		45/28	

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全7頁)

(21) 出願番号 特願平11-211148

(22) 出願日 平成11年7月26日 (1999. 7. 26)

(71) 出願人 000004086

日本化薬株式会社

東京都千代田区富士見1丁目11番2号

(72) 発明者 大磯 昭二

埼玉県与野市上落合6-8-25-202

(72) 発明者 石井 久美子

埼玉県川越市伊勢原町4-10-5

(72) 発明者 梶原 義孝

埼玉県与野市上落合6-8-25-302

Fターム(参考) 2H049 BA02 BA17 BA25 BA47 BB23

BB26 BB28 BB30 BB43 BB44

BC03 BC22

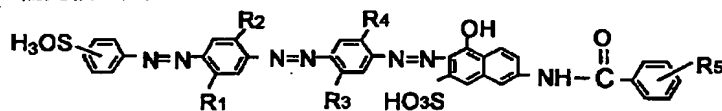
(54) 【発明の名称】 染料系偏光膜

(57) 【要約】

【課題】 偏光性能及び耐久性に優れるとともに、可視光領域における色もれの少ない偏光板の開発。

【解決手段】 遊離酸の形で下記式(1)

【化1】



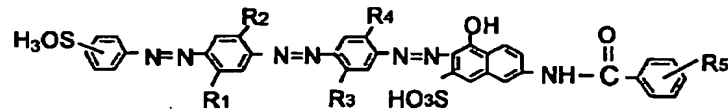
(式中、 $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、 $R_4$ は各々独立に水素原子、メチル基、エチル基、メトキシ基、エトキシ基、アセチルアミノ基を表す。但し $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、 $R_4$ のすべてがメチル基もしくはメトキシ基の場合を除く。また $R$

、 $R_3$ がメチル基でかつ $R_1$ 、 $R_4$ がメトキシ基の場合も除く。 $R_5$ はアミノ基またはヒドロキシ基を表す。)で表される水溶性染料またはこの銅錯塩染料を含有することを特徴とするポリビニルアルコール系偏光膜。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 偏光膜基材に、遊離酸の形で下記式(1)

## 【化1】



(式中、 $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、 $R_4$ は各々独立に水素原子、メチル基、エチル基、メトキシ基、エトキシ基、アセチルアミノ基を表す。但し $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、 $R_4$ のすべてがメチル基もしくはメトキシ基の場合、及び $R_1$ 、 $R_2$ がメチル基でかつ $R_3$ 、 $R_4$ がメトキシ基の場合を除く。 $R_5$ はアミノ基またはヒドロキシ基を表す。)で表される水溶性染料またはこの銅錯塩染料を含有することを特徴とするポリビニルアルコール系偏光膜。

【請求項2】さらに式(1)で表される水溶性染料またはこの銅錯塩染料以外の有機染料を少なくとも1種以上有することを特徴とする請求項1に記載のポリビニルアルコール系偏光膜。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、新規なポリビニルアルコール系偏光膜に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】光の透過・遮へい機能を有する偏光板は、光のスイッチング機能を有する液晶とともに液晶ディスプレイ(LCD)の基本的な構成要素である。このLCDの適用分野も初期の頃の電卓および時計等の小型機器から、ノートパソコン、ワープロ、液晶プロジェクタ、液晶テレビ、カーナビゲーションおよび屋内外の計測機器等の広範囲に広がり、使用条件も低温～高温、低湿度～高湿度の幅広い条件で使用されることから、偏光性能が高くかつ耐久性に優れた偏光板が求められている。

【0003】現在、偏光膜は延伸配向したポリビニルアルコール又はその誘導体のフィルムあるいは、ポリ塩化ビニルフィルムの脱塩酸又はポリビニルアルコール系フィルムの脱水によりポリエンを生成して配向せしめたポリエン系のフィルムなどの偏光膜基材に、偏光素子としてヨウ素や二色性染料を含有せしめて製造される。これらのうち、偏光素子としてヨウ素を用いたヨウ素系偏光膜は、初期偏光性能には優れるものの、水および熱に対して弱く、高温、高湿の状態では長時間使用する場合にはその耐久性に問題がある。耐久性を向上させるためにホルマリン、あるいは、ほう酸を含む水溶液で処理したり、また透湿度の低い高分子フィルムを保護膜として用いる方法などが考えられているが十分とはいえない。一方、偏光素子として二色性染料を用いた染料系偏光膜はヨウ素系偏光膜に比べ、耐湿性および耐熱性は優れるも

の、一般に初期偏光性能が十分ではない。

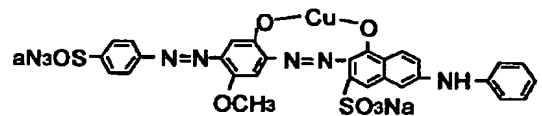
【0004】また、高分子フィルムに数種の二色性染料を吸着・配向させてなる中性色の偏光膜において、2枚の偏光膜をその配向方向が直交するように重ね合わせた状態(直交位)で、可視光領域、特に400～700nmの波長領域における特定波長の光漏れ(色漏れ)があると、偏光膜を液晶パネルに装着したとき、暗状態において液晶表示の色相が変わってしまうことがある。そこで、偏光膜を液晶表示装置に装着したとき、暗状態において特定波長の色漏れによる液晶表示の変色を防止するためには、高分子フィルムに数種の二色性染料を吸着・配向させてなる中性色の偏光膜において、可視光領域、特に400～700nmの波長領域における直交位の透過率(直交透過率)を一様に低くしなければならない。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】偏光膜の製造に用いられる染料としては、例えば特許第2844360号公報の実施例1に下記式(2)の水溶性染料が記載されている。

## 【0006】

## 【化2】



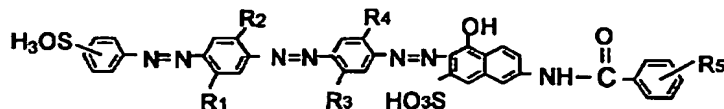
【0007】しかしながら、前記従来の水溶性染料を含有してなる偏光膜は、偏光特性、吸収波長領域、色相等の観点から、需要家のニーズを十分に満足させるに至っていない。

【0008】本発明の目的の一つは、優れた偏光性能および耐湿性・耐熱性を有する高性能な偏光膜を提供することにある。さらに、本発明の他の目的は、高分子フィルムに二種類以上の二色性染料を吸着・配向せしめてなる中性色の偏光膜であって、可視光領域、特に400～700nmの波長領域における直交位の色もれがなく、優れた偏光性能及び耐湿性、耐熱性を有する高性能な偏光膜を提供することにある。

## 【0009】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、かかる目的を達成すべく鋭意研究を進めた結果、特定の染料を含有する偏光膜が、優れた偏光性能及び耐湿性、耐熱性を有することを見だし、さらにはかかる特定の染料と

もに、中性色を有する偏光膜とするための特定の選択された染料を含有させることにより、偏光性能及び耐久性に優れるとともに、可視光領域における色もれも少ない偏光膜が得られることを見だし、本発明を完成した。



【0011】（式中、 $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、 $R_4$ は各々独立に水素原子、メチル基、エチル基、メトキシ基、エトキシ基、アセチルアミノ基を表す。但し $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、 $R_4$ のすべてがメチル基もしくはメトキシ基の場合、及び $R_1$ 、 $R_3$ がメチル基でかつ $R_2$ 、 $R_4$ がメトキシ基の場合も除く。 $R_5$ はアミノ基またはヒドロキシ基を表す。）で表される水溶性染料またはこの銅錯塩染料を含有することを特徴とするポリビニルアルコール系偏光膜。

（2）さらに式（1）で表される水溶性染料またはこの銅錯塩染料以外の有機染料を少なくとも1種以上有することを特徴とする（1）に記載のポリビニルアルコール系偏光膜、に関する。

【0012】上記式（1）で表される水溶性染料またはその銅錯塩染料を一種以上含有してなる偏光膜は、偏光性能に優れ、しかも耐湿性、耐熱性に優れる特徴を有する。さらに上記式（1）で表される水溶性染料またはその銅錯塩染料を一種以上含有した偏光膜は別の有機染料を含有させることにより、偏光性能に優れ、しかも耐湿

すなわち本発明は、

（1）遊離酸の形で下記式（1）

【0010】

【化3】

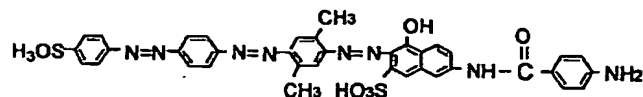
性、耐熱性に優れた特徴を有する中性色（グレー）の偏光膜が得られる。

【0013】

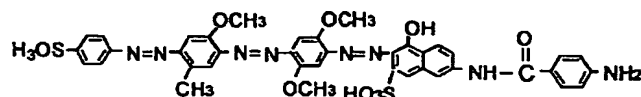
【発明の実施の形態】本発明の偏光膜は、式（1）で表される水溶性染料またはこの銅錯塩染料を少なくとも一種含有する。式（1）において、スルホン酸基の置換位置はアゾ基に対してパラ位が好ましい。 $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、 $R_4$ はそれぞれ独立に水素原子、メチル基、エチル基等の（ $C_1 \sim C_4$ ）アルキル基、メトキシ基、エトキシ基等の（ $C_1 \sim C_4$ ）アルコキシ基、アセチルアミノ基を表すが、 $R_1$ 、 $R_2$ が水素原子、 $R_3$ 、 $R_4$ がメチル基のものが特に好ましい。また、式（1）において、 $R_5$ はアミノ基またはヒドロキシ基であるが、アミノ基が特に好ましい。 $R_5$ の置換位置としては、 $-NHCO-$ 基に対してパラ位が特に好ましい。次に本発明で使用する式（1）で表される水溶性染料の代表例を以下にあげる。

【0014】

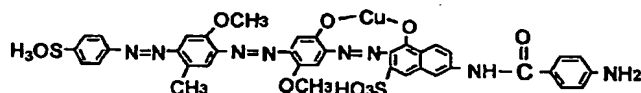
【化4】

5  
No.1

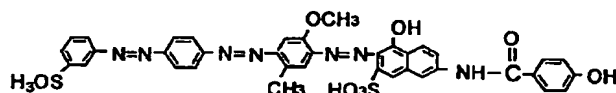
No.2



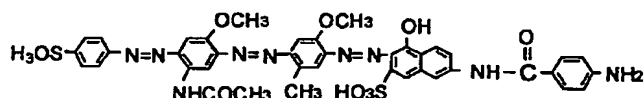
No.3



No.4



No.5



【0015】式(1)で表される水溶性染料は、通常の  
アゾ染料の製法に従い、公知のジアゾ化、カップリング  
法で容易に製造できる。即ち、1個のスルホン酸基で置  
換されたアニリン類をジアゾ化し、置換基を有してい  
てもよいアニリン類と一次カップリングさせ、モノアゾ  
アミノ化合物を得る。次いで、このモノアゾアミノ化合物  
をジアゾ化し、置換基を有してもよいアニリン類と  
2次カップリングさせ、ジスアゾアミノ化合物を得る。  
このジスアゾアミノ化合物をジアゾ化し、ベンゾイル基  
のフェニル核が1個のアミノ基またはヒドロキシ基で置  
換された、N-ベンゾイルJ酸とアルカリ性で3次カッ  
プリングさせることにより式(1)の水溶性染料が得ら  
れる。さらに硫酸銅等を用いて常法により銅錯塩化す  
れば式(1)化合物の銅錯塩化物が得られる。

【0016】上記反応において、ジアゾ化工程はジアゾ  
成分の塩酸、硫酸などの鉱酸水溶液またはけん濁液に亜  
硝酸ナトリウムなどの亜硝酸塩を混合するという順法に  
よるか、あるいはジアゾ成分の中性もしくは弱アルカリ  
性の水溶液に亜硝酸塩を加えておき、これと鉱酸を混合  
するという逆法によって行われる。ジアゾ化の温度は、  
-10~40℃が適当である。また、アニリン類とのカッ  
プリング工程は塩酸、酢酸などの酸性水溶液と上記ジ  
アゾ液を混合し、温度が-10~40℃でPH2~7の  
酸性条件で行われる。

【0017】カップリングして得られたモノアゾ化合物

及びジスアゾ化合物はそのままあるいは酸析や塩析によ  
り析出させ濾過して取り出すか、溶液またはけん濁液の  
まま次の工程へ進むこともできる。ジアゾニウム塩が難  
溶性でけん濁液となっている場合は濾過してプレスケー  
キとして次のジアゾ化工程で使うこともできる。

【0018】ジスアゾアミノ化合物のジアゾ化物と、置  
換されたN-ベンゾイルJ酸との3次カップリング反応  
は、温度が-10~40℃でPH7~10のアルカリ性  
条件で行われる。反応終了後、塩析により析出させ濾過  
して取り出す。さらに銅錯塩化物とするには、その水溶  
液を硫酸銅、モノエタノールアミンと95~100℃で  
反応させ、塩析等により析出させ濾過して取り出せばよ  
い。また精製が必要な場合には、塩析を繰り返すかまた  
は有機溶媒を使用して水中から析出させればよい。

【0019】有機溶媒としては、例えばメタノール、エ  
タノール等のアルコール類、アセトン等のケトン類等の  
水溶性有機溶媒があげられる。

【0020】式(1)で表される水溶性染料を合成する  
ための出発原料である上記した1個のスルホン酸基で置  
換されたアニリン類としては、例えばスルファニル酸、  
メタニル酸、オルタニル酸が挙げられる。

【0021】カップリング成分である、置換基を有して  
いてもよいアニリン類における置換基としては、メチル  
基、エチル基、メトキシ基、エトキシ基、アセチルアミ  
ノ基があげられる。これらの置換基は1つまたは2つ以

上結合しても良い。その結合位置は、アミノ基に対して、2位、3位、2位と5位が好ましい。置換基を有していてもよいアニリン類としては、例えばアニリン、2-メチルアニリン、3-メチルアニリン、2-エチルアニリン、3-エチルアニリン、2、5-ジメチルアニリン、2、5-ジエチルアニリン、2-メトキシアニリン、3-メトキシアニリン、2-メトキシ-5-メチルアニリン、2、5-ジメトキシアニリン、2-メトキシ-5-アセチルアミノアニリン、等が挙げられる。これらのアニリン類はアミノ基が保護されていても良い。

【0022】保護基としては、例えばそのω-メタンスルホン酸基があげられる。1次カップリングに使用するアニリン類と2次カップリングに使用するアニリン類は同じであっても異なっても良い。

【0023】上記したベンゾイル基が1個のアミノ基またはヒドロキシ基で置換されたN-ベンゾイルJ酸としては、N-(4'-アミノベンゾイル)J酸、N-(2'-アミノベンゾイル)J酸、N-(4'-ヒドロキシベンゾイル)J酸、N-(2'-ヒドロキシベンゾイル)J酸が挙げられる。これらの、ベンゾイル基が1個のアミノ基またはヒドロキシ基で置換されたN-ベンゾイルJ酸は、J酸を公知の方法で、ニトロ基で置換された塩化ベンゾイルを用いてベンゾイル化した後、公知の方法によりニトロ化合物を還元すれば、R5がアミノ基である化合物が得られる。また公知の方法によりR5がヒドロキシ基であるN-ベンゾイルJ酸とすることもできる。

【0024】式(1)で表される化合物は単独で 사용되는他、それら同士、あるいは他の色素と配合することにより、各種の色相及び中性色を有する偏光素子または偏光板を製造することができる。配合する他の有機染料としては、本発明のトリシアゾ化合物の吸収波長領域と異なる波長領域に吸収特性を有する染料であって二色性の高いものであれば、いかなる染料であってもよく、例えば、シー、アイ、ダイレクト、イエロー12、シー、アイ、ダイレクト、イエロー28、シー、アイ、ダイレクト、イエロー44、シー、アイ、ダイレクト、オレンジ26、シー、アイ、ダイレクト、オレンジ39、シー、アイ、ダイレクト、オレンジ107、シー、アイ、ダイレクト、レッド2、シー、アイ、ダイレクト、レッド31、シー、アイ、ダイレクト、レッド79、シー、アイ、ダイレクト、レッド81、シー、アイ、ダイレクト、レッド247、シー、アイ、ダイレクト、グリーン80、シー、アイ、ダイレクト、グリーン59および特開昭59-145255号、特開昭60-156759号、特開平3-12606号の各公報に記載された染料等が挙げられ、これらの色素は遊離酸、あるいはアルカリ金属塩、アンモニウム塩、アミン類の塩として用いられる。

【0025】本発明の偏光膜は、式(1)で表されるト

リスアゾ化合物を、偏光膜材料である高分子フィルムに公知の方法で含有せしめることにより、製造することができる。

【0026】本発明の偏光膜に使用する基材(高分子フィルム)は、ポリビニアルコールまたはその誘導体、これらのいずれかをエチレン、プロピレンのようなオレフィンや、クロトン酸、アクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸のような不飽和カルボン酸などで変性したもの、EVA(エチレン/ビニルアセテート)樹脂、ケン化EVA樹脂、ナイロン樹脂、ポリエステル樹脂などからなるものが利用される。なかでも、ポリビニアルコールまたはその誘導体からなるフィルムが、染料の吸着性および配向性の点から、好適に用いられる。

【0027】このような高分子フィルムに式(1)で表されるトリシアゾ化合物を含有せしめるにあたっては、通常、高分子フィルムを染色する方法が採用される。染色は、例えば次のように行われる。まず、式(1)で表されるトリシアゾ化合物を水に溶解して染浴を調整する。染浴中の染料濃度は特に制限されないが、通常は0.001~10重量%程度の範囲から選択される。また、必要により染色助剤を用いてもよく、例えば、芒硝を0.1~10重量%程度の濃度で用いるのが好適である。このようにして調整した染浴に高分子フィルムを浸漬し、染色を行う。染色温度は、好ましくは40~80℃程度である。

【0028】式(1)で表されるトリシアゾ化合物の配向は、高分子フィルムを延伸することによって行われる。延伸する方法としては、例えば湿式法、乾式法など、公知のいずれの方法を用いてもよい。高分子フィルムの延伸は、染色の前に行ってもよい。式(1)で表されるトリシアゾ化合物を含有・配向せしめた高分子フィルムは、必要に応じて公知の方法によりホウ酸処理などの後処理が施される。このような後処理は、偏光膜の光線透過率および偏光度を向上させる目的で行われる。ホウ酸処理の条件は、用いる高分子フィルムの種類や用いる染料の種類によって異なるが、一般的にはホウ酸水溶液のホウ酸濃度を1~15重量%、好ましくは5~10重量%の範囲とし、処理は30~80℃、好ましくは40~75℃の温度範囲で行われる。更に必要に応じて、カチオン系高分子化合物を含む水溶液で、フィックス処理を併せて行ってもよい。

【0029】このようにして得られた染料系偏光膜は、その片面または両面に、光学的透明性および機械的強度に優れる保護膜を貼合して、偏光板とすることができる。保護膜を形成する材料は、従来から使用されているものでよく、例えば、セルロースアセテート系フィルムやアクリル系フィルムのほか、四フッ化エチレン/六フッ化プロピレン系共重合体のようなフッ素系フィルム、ポリエステル樹脂、ポリオレフィン樹脂またはポリアミド系樹脂からなるフィルムが用いられる。

【0030】また、式(1)で表されるトリスアゾ化合物に加えて前記の有機染料を少なくとも一種以上用いることによって本発明のポリビニルアルコール系偏光膜が得られる。この場合、それぞれの配合割合は特に限定されるものではないが、一般的には、式(1)で表される化合物の重量を基準として、前記の有機染料の少なくとも一種以上の合計で0、1～10重量部の範囲で用いるのが好ましい。このように構成した偏光膜は中性色を有し、可視光領域、特に400～700nmの波長領域において直交位の色もれがなく、偏光性能に優れ、さらに高温、高湿状態でも変色や偏光性能の低下を起こさないという特徴を有する。

【0031】このようにして、高い偏光性能を有し、且つ耐湿性、耐熱性に優れた偏光膜を得ることができる。また式(1)で表される水溶性染料と他の有機染料を併用することによって、耐湿性、耐熱性の優れた中性色の偏光膜を得ることができる。この場合、有機染料として前記した染料から一種以上を併用することによって、耐湿性、耐熱性に優れ、可視光領域における直交位での光もれの少ない偏光膜を得ることができる。

#### 【0032】

【実施例】以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、これらは例示的なものであって、本発明をなんら限定するものではない。例中にある%および部は、特にことわらないかぎり重量基準である。

#### 【0033】合成例1

4-アミノアゾベンゼン-4'-スルホン酸ナトリウム29.9部を水600部に加え70℃として溶解する。冷却し30℃以下で、35%塩酸32部を加え、次に亜硝酸ナトリウム6.9部を加え、25～28℃で2時間攪拌する。そこへ2、5ジメチルアニリン12.1部を加え、25～30℃で2時間攪拌したのち、炭酸ナトリウムを加えてpH3とし、さらに攪拌してカップリング反応を完結させ、濾過して、ジスアゾ化合物を得る。得られたジスアゾ化合物を水600部に分散させたのち、35%塩酸32部を、次に亜硝酸ナトリウム6.9部を加え、25～30℃で2時間攪拌してジアゾ化する。

【0034】一方、4'-アミノベンゾイルJ酸35.8部を水250部に加え、炭酸ナトリウムで弱アルカリ性として溶解し、この液に先に得られたジスアゾ化合物のジアゾ化物を中性～弱アルカリ性を保って注入し、攪拌して、カップリング反応を完結させる。塩化ナトリウムで塩析し、濾過して化合物No. 1のトリスアゾ化合物の水溶性染料を得た。

#### 【0035】合成例2

スルファニル酸17.3部を水500部に加え、水酸化ナトリウムで溶解する。冷却し10℃以下で、35%塩酸32部を加え、次に亜硝酸ナトリウム6.9部を加え、5～10℃で1時間攪拌する。そこへ希塩酸水に溶

解したP-クレシジン13.7部を加え、10～15℃で攪拌しながら、炭酸ナトリウムを加えてpH3とし、さらに攪拌してカップリング反応を完結させ、濾過して、モノアゾ化合物を得る。得られたモノアゾ化合物を水600部に分散させたのち、35%塩酸32部を、次に亜硝酸ナトリウム6.9部を加え、25～30℃で2時間攪拌する。そこへ希塩酸水に溶解した2、5ジメチルアニリン15.3部を加え、20～30℃で攪拌しながら、炭酸ナトリウムを加えてpH3とし、さらに攪拌してカップリング反応を完結させ、濾過して、ジスアゾ化合物を得る。得られたジスアゾ化合物を水600部に分散させたのち、35%塩酸32部を、次に亜硝酸ナトリウム6.9部を加え、25～30℃で2時間攪拌してジアゾ化する。

【0036】一方、4'-アミノベンゾイルJ酸35.8部を水250部に加え、炭酸ナトリウムで弱アルカリ性として溶解し、この液に先に得られたジスアゾ化合物のジアゾ化物を中性～弱アルカリ性を保って注入し、攪拌して、カップリング反応を完結させる。塩化ナトリウムで塩析し、濾過して化合物No. 2のトリスアゾ化合物の水溶性染料を得た。

#### 【0037】合成例3

合成例2で得られた化合物40部を水500部に分散させ、結晶硫酸銅15部およびモノエタノールアミン15部を加えて95℃に加熱し、10時間反応させる。反応液に塩化ナトリウムを加えて塩析し、濾過して、化合物No. 3の銅錯塩染料を得た。

#### 【0038】実施例1

合成例1で得られた化合物No. 1の染料の0.03%および芒硝0.1%の濃度とした45℃の水溶液に、厚さ75μmのポリビニルアルコールを4分間浸漬した。このフィルムを3%ホウ酸水溶液中で50℃で5倍に延伸し、緊張状態を保ったまま水洗、乾燥して偏光膜を得た。得られた偏光膜は、極大吸収波長550nmであり、この偏光膜は高い偏光度を有し、しかも、高温且つ高湿の状態でも長時間にわたる耐久性を示した。

#### 【0039】実施例2

合成例3で得られた化合物No. 3の銅錯塩染料の0.03%および芒硝0.1%の濃度とした45℃の水溶液に、厚さ75μmのポリビニルアルコールを4分間浸漬した。このフィルムを3%ホウ酸水溶液中で50℃で5倍に延伸し、緊張状態を保ったまま水洗、乾燥して偏光膜を得た。得られた偏光膜は、極大吸収波長630nmであり、この偏光膜は高い偏光度を有し、しかも、高温且つ高湿の状態でも長時間にわたる耐久性を示した。

#### 【0040】実施例3

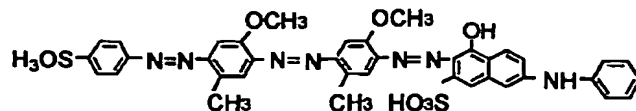
合成例1で得られた化合物No. 1の染料0.04%、シー・アイダイレクト・オレンジ39を0.03%、特開平3-12606号公報、実施例1において公開されている下記構造式(3)で示される染料0.04%、特

開昭60-156759号公報、実施例38において公開されている下記(4)構造式で示される染料0.03%および芒硝を0.1%の濃度とした45℃の水溶液に、厚さ75μmのポリビニルアルコールを4分間浸漬した。このフィルムを3%ホウ酸水溶液中で50℃で5倍に延伸し、緊張状態を保ったまま水洗、乾燥して偏光

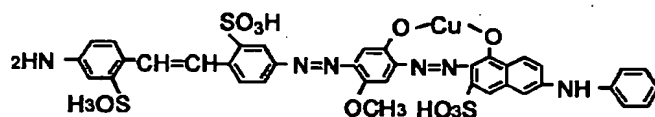
膜を得た。得られた偏光膜は中性色であり、高い偏光度を有し、しかも、高温且つ高湿の状態でも長時間にわたる耐久性を示した。

【0041】

【化5】



(3)



(4)

#### 【0042】実施例4

合成例1~3で得られた、化合物No. 1の染料0.03%、化合物No. 2の染料の0.04%、化合物No. 3の染料の0.04%、シー・アイ・ダイレクト・オレンジ39を0.03%、および芒硝を0.1%の濃度とした45℃の水溶液に、厚さ75μmのポリビニルアルコールを4分間浸漬した。このフィルムを3%ホウ酸水溶液中で50℃で5倍に延伸し、緊張状態を保ったまま水洗、乾燥して中性色の偏光膜を得た。得られた偏光膜は、中性色であり、高い偏光度を有し、しかも、高

温且つ高湿の状態でも長時間にわたる耐久性を示した。

【0043】

【発明の効果】本発明のトリスアゾ化合物は、染料、特に偏光膜用の染料として有用である。そしてこの化合物を含有する偏光膜は、ヨウ素を用いた偏光膜に匹敵する高い偏光性能を有し、且つ耐久性にも優れるので、各種液晶表示体、なかでも高い偏光性能と耐久性を必要とする車載用途、各種環境で用いられる工業計器類の表示用途に好適である。